

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) **公開特許公報 (A)**

(11)特許出願公開番号

特開2001-164237

(P2001-164237A)

(43)公開日 平成13年6月19日(2001.6.19)

(51)Int.Cl.⁷

C 0 9 K 3/10

識別記号

F I

テマコード(参考)

C 0 9 K 3/10

G 4 H 0 1 7

Q 4 J 0 0 2

Z

C 0 8 K 5/17

5/57

C 0 8 K 5/17

5/57

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全7頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平11-350088

(71)出願人 000103541

オート化学工業株式会社

東京都港区西新橋2丁目23番1号

(72)発明者 森田 栄一

茨城県新治郡千代田町上稲吉2044番地6号

オート化学工業株式会社技術研究所内

(72)発明者 石下 浩

茨城県新治郡千代田町上稲吉2044番地6号

オート化学工業株式会社技術研究所内

(74)代理人 100092314

弁理士 岡▲崎▼ 秀雄

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 シーリング材組成物

(57)【要約】

【課題】 作業性、モジュラス、耐久性などのシーリング材に必要な基本性能を損なうことなく、硬化後のシーリング材表面が、砂をまぶしたような比較的大きな凹凸のあるざらついた外観を持ち、かつ光の乱反射が十分大きくて、表面光沢度が低くて艶のない表面を形成しうるシーリング材組成物を提供する。

【解決手段】 架橋性シリル基含有有機重合体と、硬化触媒と、平均粒径100μm以上のバルーンと、融点35°C以上の第1級及び／又は第2級アミンと、場合によりカップリング剤と添加剤とからなる、表面光沢度20以下の凹凸表面形成性シーリング材組成物である。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 架橋性シリル基含有有機重合体と、硬化触媒と、平均粒径100μm以上のバルーンと、融点35°C以上の第1級及び／又は第2級アミンとからなることを特徴とする、表面光沢度20以下の凹凸表面形成性シーリング材組成物。

【請求項2】 架橋性シリル基含有有機重合体と、硬化触媒と、平均粒径100μm以上のバルーンと、融点35°C以上の第1級及び／又は第2級アミンと、カップリング剤と、添加剤とからなることを特徴とする、表面光沢度20以下の凹凸表面形成性シーリング材組成物。

【請求項3】 前記バルーンの平均粒径が200～400μmである、請求項1又は2に記載のシーリング材組成物。

【請求項4】 前記バルーンのシーリング材組成物中における体積濃度が10～25v○1%である、請求項1、2又は3に記載のシーリング材組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、建築物等に使用される砂まき調や砂岩調の装飾が施され、かつ表面光沢度が低くて艶のない外壁材のシーリングに特に適した、目地の目立たないシーリング材組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 窯業系外壁材は、防火性、施工性、外観の良さなどの点から、従来のモルタル仕上げにかわるものとして急速に普及してきており、特に1戸建て住宅において主流となりつつある。近年、重厚な外壁イメージを創り出すため、窯業系外壁材の表面に、砂をまぶした砂まき調装飾や岩石の凹凸を模した砂岩調装飾を施して、天然のざらついた岩石を模した外壁材とする流れと、他方、外壁材の表面の光沢度を下げて艶を消した塗装をして落ち着きのある高級なイメージを持った外壁材とする二つの流れがある。最近はこの二つの流れを合わせて、外壁材の表面に砂まき調や砂岩調の装飾を施して、ざらついた外観とともに、表面の艶を消した重厚で落ち着きのある高級なイメージを持った窯業系外壁材が使用されるようになってきている。

【0003】 このような複合された外観イメージを持つ外壁材の目地に対し、例えば特開平10-251618号公報で提案されている、ウレタン樹脂や変性シリコン樹脂中に特定の粒径以上のバルーンを含有させたシーリング材を使用すると、硬化後、砂まき調や砂岩調のざらつき感は有しているものの、表面の凹凸が大きいため、光の乱反射が不十分で表面光沢度がまだ高く、目視で艶が残っているため、外壁材よりシーリング材が浮き立って見え、目地が目立つことによって、外壁材の美的特徴を低減させ、全体として建物外壁の美観を損なってしまうという問題がある。

【0004】

2

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記問題を解決するため、作業性、モジュラス、耐久性などのシーリング材に必要な基本性能を損なうことなく、硬化後のシーリング材表面が、砂をまぶしたような比較的大きな凹凸のあるざらついた外観を持ち、かつ光の乱反射が十分大きくて、表面光沢度が低くて艶のない表面を形成しうるシーリング材組成物を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 前記目的を達成するため10に、本発明は、架橋性シリル基含有有機重合体と、硬化触媒と、平均粒径100μm以上のバルーンと、融点35°C以上の第1級及び／又は第2級アミンとからなることを特徴とする、表面光沢度20以下の凹凸表面形成性シーリング材組成物である。

【0006】 また本発明は、架橋性シリル基含有有機重合体と、硬化触媒と、平均粒径100μm以上のバルーンと、融点35°C以上の第1級及び／又は第2級アミンと、カップリング剤と、添加剤とからなることを特徴とする、表面光沢度20以下の凹凸表面形成性シーリング材組成物である。

【0007】 更に本発明は、前記バルーンの平均粒径が200～400μmである、前記の各シーリング材組成物である。

【0008】 また更に本発明は、前記バルーンのシーリング材組成物中における体積濃度が10～25v○1%である、前記の各シーリング材組成物である。

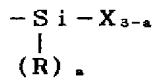
【0009】

【発明の実施の形態】 以下に本発明を詳しく説明する。本発明においてベースポリマーとして用いられる有機重合体は、分子内に、シロキサン結合を形成することによって架橋してゴム状硬化物を形成する、シリル基を含有する。このような架橋性シリル基含有有機重合体としては、例えば、特開昭52-73998号公報、特開昭55-9669号公報、特開昭59-122541号公報、特開昭60-6747号公報、特開昭63-1112642号公報、特開平3-79627号公報、特開平4-283259号公報、特開平5-70531号公報、特開平5-287186号公報、特開平11-80571号公報、特開平11-116763号公報、特開平11-130931号公報中に開示されているものを挙げることができる。本発明における架橋性シリル基含有有機重合体としては具体的には、分子内に1個以上の架橋性シリル基を含有する、主鎖がそれぞれオルガノシロキサンを含有していてもよい、ポリオキシアルキレン重合体、ビニル系重合体、ポリエステル重合体、アクリル酸エステル重合体、メタアクリル酸エステル重合体、これらの混合物等の有機重合体が好ましい。架橋性シリル基は、シーリング材の硬化性や硬化後の物性等の点から、分子内に1～5個含まれるのが好ましい。更に、架橋性シリル基は、架橋しやすく製造しやすい次の一般式で示

されるものが好ましい。

【0010】

【化1】



(式中、Rは炭化水素基であり、炭素数1～20のアルキル基、炭素数6～20のアリール基又は炭素数7～20のアラルキル基が好ましく、メチル基が最も好ましい。Xで示される反応性基はハログン原子、水素原子、水酸基、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミド基、酸アミド基、メルカプト基、アルケニルオキシ基及びアミノオキシ基より選ばれる基であり、Xが複数の場合には、Xは同じ基であっても異なった基であってもよい。このうちXはアルコキシ基が好ましく、メトキシ基が最も好ましい。αは0、1又は2の整数であり、1が最も好ましい。)

【0011】有機重合体の主鎖は、硬化後の引張接着性、モジュラス等の物性の点から、オルガノシロキサンを含有していてもよいポリオキシアルキレン重合体が好ましく、オルガノシロキサンを含有していてもよいポリオキシプロピレン重合体が最も好ましい。本発明において、架橋性シリル基含有有機重合体の数平均分子量は1000以上、特に6000～30000で分子量分布の狭いものが、硬化前の粘度が低いので取り扱い易く、硬化後の強度、伸び、モジュラス等の物性が好適である。

【0012】本発明において前記架橋性シリル基含有有機重合体の硬化に使用される触媒としては、有機金属化合物、アミン類等が挙げられるが、架橋速度にすぐれた有機錫化合物が好ましい。この有機錫化合物は具体的には、スタナスオクトエート、ジブチル錫ジオクトエート、ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫ジアセチルアセトナート、ジブチル錫オキサイド、ジブチル錫ビストリエトキシシリケート、ジブチル錫ジステアレート、ジオクチル錫ジラウレート、ジオクチル錫ジバーサテート等であるが、このうち架橋*

$$\text{バルーンの体積濃度 (v o 1 \%)} = \frac{\text{バルーンの体積}}{\text{シーリング材の体積}} \times 100$$

【0015】本発明において用いられる第1級及び／又は第2級アミンは融点が35℃以上のものであり、本発明のシーリング材の硬化物の表面光沢度を低下させ、表面艶消し能力が大きいため、砂まき調、砂岩調装飾で、かつ表面艶消しをした外壁材のシーリングに使用する

*速度、毒性、輝発性の比較的低い液体である点から、ジブチル錫ジアセチルアセトナートが最も好ましい。硬化触媒は、架橋速度、硬化物の物性などの点から、架橋性シリル基含有有機重合体100質量部に対して、0.1～10質量部、特に0.5～5質量部使用するのが好ましい。

【0013】本発明において用いられるバルーンは、シーリング材の表面に比較的大きな凹凸を形成し、砂まき調や砂岩調のざらついた外観にするために用いられるものであり、内部が中空で平均粒径が100μm以上、好ましくは200～400μmのものである。バルーンの平均粒径が100μm未満では、多量に配合しても組成物の粘度を上昇させるだけで、ざらつき感が発現されない。また、400μmを越えると、作業性、モジュラス、耐久性などの物性が悪くなる。バルーンの材料としては、ガラス、シラス、シリカなどの無機系の材料、及びフェノール樹脂、尿素樹脂、ポリスチレン、サランなどの有機系の材料が挙げられるが、これらに限定されるものではなく、無機系の材料と有機系の材料とを複合させたり、また、積層して複数層を形成させたものであってもよい。また、バルーンは、同一材料のバルーンを使用しても、異種の材料のバルーンを複数種類混合して使用しても差し支えない。さらに、バルーンは、その表面を加工ないしコーティングしたものを使用することもできるし、またその表面を各種の表面処理剤で処理したものを使用することもできる。具体的には例えば、有機系のバルーンを炭酸カルシウム、タルク、酸化チタンなどでコーティングしたり、無機系のバルーンをシランカップリング剤で表面処理したものが挙げられる。本発明におけるバルーンとしては、低い比重と高い強度の点から、無機系バルーン、特にセラミックバルーンが好ましい。また、バルーンは、シーリング材組成物中において、下記のバルーン体積濃度で表して10～25v o 1%、特に15～25v o 1%の範囲となる割合で配合することが好ましい。バルーンの体積濃度が10v o 1%未満であるとざらつき感が低く、また、25v o 1%を超えると、シーリング材組成物の粘度が高くなり作業性が悪化しやすく、硬化物のモジュラスも高くなり、シーリング材の基本性能が損なわれやすい。

【0014】

【数1】

※と、シーリングの目地が目立たず、外壁材の特徴的美觀を損なわない。この融点が35℃以上の第1級及び／又は第2級アミンは、例えば、NH₂-(CH₂)_nCH₃、NH₂-(CH₂)_nNH₂、R-NH-(CH₂)_nCH₃、R-NH-(CH₂)_nNH-R'、R-NH

$(CH_2)_nNH_2$ である。但し、R、R' はアルキル基で、RとR' は同じであってもよく、異なっていてもよい。第1級アミンとしては、モノアミンとして、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、セチルアミン、ステアリルアミンなどを挙げることができ、ジアミンとして、1,8-ジアミノオクタン、1,9-ジアミノノナン、1,10-ジアミノデカン、1,11-ジアミノウンデカン、1,12-ジアミノドデカン、1,13-ジアミノトリデカン、1,14-ジアミノテトラデカン、1,15-ジアミノペンタデカン、1,16-ジアミノヘキサデカン、1,17-ジアミノヘプタデカン、1,18-ジアミノオクタデカン、1,19-ジアミノノナデカン、1,20-ジアミノエイコサン、1,21-ジアミノヘンティコサン、1,22-ジアミノドコサン、1,23-ジアミノトリコサン、1,24-ジアミノテラコサンなどを挙げることができる。第2級アミンとしては、ジラウリルアミン、ジステアリルアミン、メチルラウリルアミンなどのモノアミン、N,N'-ジラウリルプロピルアミン、N,N'-ジステアリルブチルアミン、N-ブチル-N'-ラウリルエチルアミン、N-ブチル-N'-ラウリルプロピルアミン、N-ラウリル-N'-ステアリルブチルアミンなどのジアミンを挙げができる。その他のアミンとしては、N-ラウリルプロピレンジアミン、N-ステアリルプロピレンジアミンなどを挙げができる。これらのうちで、特に第1級アミンのステアリルアミンが好ましい。融点が35°C未満のものは、耐熱性、特に夏期の高温で軟化するので不適当である。一方、融点が100°Cを越えるものはシーリング材表面が固く、脆くなりやすく、シーリング材の基本特性である弹性を損ねやすいので、本発明における第1級及び/又は第2級アミンは融点が35°C以上、特に40~100°Cのものが好ましい。融点35°C以上の第1級及び/又は第2級アミンは、シーリング材の硬化表面の艶、光沢を顯著に低く抑えるためには、架橋性シリル基含有有機重合体100質量部に対して、0.1~20質量部、特に0.5~10質量部を使用するのが好ましい。さらに、融点35°C以上の第1級及び/又は第2級アミンを使用することにより、引張接着性においてバルーンの添加でモジュラスが高くなり、伸びが低下するのを防止する効果がある。

【0016】本発明において用いられるカップリング剤としては、シラン系、アルミニウム系、ジルコアルミニート系などのものを挙げることができ、このうちシラン系カップリング剤は接着性に優れているので好ましい。このシラン系カップリング剤としては、具体的には、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(2-メトキシエトキシ)シラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)3-

-アミノプロピルメチルメトキシシランなどのアルコキシリル基を含有する分子量500以下、好ましくは400以下の低分子化合物を挙げることができる。カップリング剤は、外壁材の接着性を改善するためには、架橋性シリル基含有有機重合体100質量部に対して、0.1~20質量部、特に1~10質量部使用するのが好ましい。

【0017】本発明のシーリング材組成物には更に、可塑剤、充填剤、老化防止剤、機能性改良剤(脱水剤)、着色剤等の添加剤を配合して使用することができる。これらのうち、可塑剤及び/又は充填剤は、ベースポリマーの增量、補強、だれ防止等のために、本発明において併用するのが好ましい。

【0018】可塑剤としては、ジオクチルフタレート(DOP)、ジブチルフタレート、ブチルベンジルフタレートなどのフタル酸エステル類が好ましく、そのほか、脂肪族二塩基酸エステル類、グリコールエステル類、脂肪族エステル類、リン酸エステル類、エポキシ可塑剤類、ポリエステル系可塑剤、ポリエーテル類、ポリスチレン類などを挙げができる。

【0019】充填剤としては、炭酸カルシウム、クレー、タルク、スレート粉、マイカ、カオリン、ゼオライト、珪藻土等が挙げられ、粒径1~100μmのものが好ましく、このうち炭酸カルシウムが更に好ましい。

【0020】老化防止剤としては、例えは、ヒンダードアミン系、ヒンダードフェノール系等の酸化防止剤が挙げられる。

【0021】機能性改良剤としては、コロイダルシリカ、石綿粉等の無機機能性改良剤、有機ペントナイト、変性ポリエステルポリオール、脂肪酸アマイド等の有機機能性改良剤が挙げられ、機能性改良剤として脂肪酸処理炭酸カルシウム等が挙げられ、このうち脂肪酸処理炭酸カルシウムが好ましい。

【0022】これらの添加剤の配合量は、架橋性シリル基含有有機重合体100質量部に対して0~500質量部、特に0~300質量部の範囲が好ましい。添加剤のうち可塑剤及び/又は充填剤は、架橋性シリル基含有有機重合体100質量部に対して0~500質量部、特に100~300質量部の範囲が好ましい。

【0023】本発明のシーリング材組成物において、前記各成分はそれぞれ1種類又は2種以上を混合して配合することができる。

【0024】

【実施例】以下、本発明について実施例等により更に詳細に説明する。

【0025】実施例1

加温装置付き混練容器に、架橋性シリル基含有ポリオキシプロピレン重合体(MSポリマーS303、鐘淵化学工業(株)製)200g、可塑剤としてジオクチルフタレートを130g、老化防止剤としてヒンダードフェノ

ール系酸化防止剤（イルガノックス1010、チバ・スペシャリティ・ケミカルズ（株）製）4g、ステアリルアミン（ファーミン80、花王（株）製）6g、摺拌剤兼充填剤として脂肪酸（表面）処理炭酸カルシウム（カルファイン200M、丸尾カルシウム（株）製）250g、摺拌剤として脂肪酸アマイド（脂肪酸アマイドS、花王（株）製）9gを仕込み、攪拌して、内容物が均一になるまで混合、分散した。その後110°Cで1時間減圧脱水を行い、冷却後カップリング剤としてビニルトリメトキシシラン（サイラエースS210、チッソ（株）製）10g、セラミックバルーン（E-SPHERES SL350、平均粒子径250μm、太平洋セメント（株）製）を75g、硬化触媒としてジブチル錫ジアセチルアセトナート（ネオスタンU-220、日東化成（株）製）2g、カップリング剤としてN-(2-アミノエチル)3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン（サイラエースS310、チッソ（株）製）3gを添加し、攪拌、混合してシーリング材組成物を調製した。

【0026】実施例2

実施例1において、ステアリルアミンを3g使用した以外は同様にして、シーリング材組成物を調製した。

【0027】比較例1

実施例1において、セラミックバルーンを使用しないこと以外は同様にして、シーリング材組成物を調製した。

【0028】比較例2

実施例1において、ステアリルアミンを使用しないこと以外は同様にして、シーリング材組成物を調製した。

【0029】比較例3

実施例1において、セラミックバルーンとステアリルアミンを使用しないこと以外は同様にして、シーリング材

組成物を調製した。

【0030】〔性能試験〕

(1) 表面特性

得られたシーリング材組成物をシート状に硬化させて厚み5mmのシートを作製した。このシートの表面の平滑性と艶を目視により判定し、表面光沢度は60度鏡面光沢度計を使用して測定した。なお、表面光沢度の数値が小さいほど光の反射率が低く、表面の艶が低下していることを示す。

10 (2) 押出し性

JIS A1439:1997「建築用シーリング材の試験方法」の「4.1.4 試験用カートリッジによる押し出し試験」に準拠して測定した（測定温度23°C）。

(3) スランプ

JIS A1439:1997「建築用シーリング材の試験方法」の「4.1スランプ試験」に準拠して、スランプ（縦）を測定した（測定温度23°C）。

(4) 引張接着性

JIS A1439:1997「建築用シーリング材の試験方法」の「4.2.1引張接着性試験」に準拠して試験した（試験温度23°C）。なお、試験体は、スレートをプライマー(OP2531、オート化学工業（株）製)で処理しシーリング材組成物を打設し、打設後の試験体を23°C、50%相対湿度で14日間、30°Cで14日間養生して作製した。

(5) モジュラス

50%引張応力(M50)の値が22以下のものを○、23以上のものを×と評価した。以上の各性能の測定結果等を原料組成と共に表1にまとめて示す。

【0031】

【表1】

30

	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
原料組成 (g)					
架橋性シリル基含有ポリオキシプロピレン重合体	200	200	200	200	200
ジオクチルフタレート	130	130	130	130	130
ヒンダードフェノール系酸化防止剤	4	4	4	4	4
ステアリルアミン	6	3	6		
脂肪酸処理炭酸カルシウム	250	250	250	250	250
脂肪酸アマイド	9	9	9	9	9
ビニルトリメトキシシラン	10	10	10	10	10
セラミックバルーン	75	75		75	
ジブチル錫ジアセチルアセトナート	2	2	2	2	2
N-(2-アミノエチル) 3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン	3	3	3	3	3
表面特性					
表面平滑性	凹凸あり 砂まさき調 なし 0.5	凹凸あり 砂まさき調 なし 15.0	平滑 なし 1.0	凹凸あり 砂まさき調 あり 25.0	平滑 あり 40.0
表面の艶					
表面光沢度					
バルーンの体積 (cm ³)	108.7	108.7	0.0	108.7	0.0
シーリング材の体積 (cm ³)	548.5	545.5	439.8	542.5	433.8
バルーンの体積濃度 (vol%)	19.8	19.9	0.0	20.0	0.0
押出し性 (秒)	1	1	1	2	1
スランプ (mm)	0	0	0	0	0
引張接着性					
M50 (N/cm ²)	17.9	19.2	15.8	25.3	19.2
T _{max} (N/cm ²)	52.5	62.5	72.4	58.7	74.8
E _{max} (%)	625	586	725	452	682
モジュラス	○	○	○	×	○

注) 外壁材の表面特性

表面平滑性	凹凸あり
艶	なし
表面光沢度	0~20

【0032】

【発明の効果】以上説明した通り、本発明のシーリング材組成物は、施工した表面が凹凸でざらつき感があり、艶がなく、表面光沢度が低いため、特に、砂まさき調、砂岩調装飾が施された表面光沢度の低い外壁材のシーリングに使用すると、シーリング材の目地が目立たず、外壁材の砂まさき調、砂岩調の特徴的な美観を低減させない。*

*し、また、作業性、モジュラス、耐久性などの諸性能も併せ持っている。そのため、本発明によりはじめて、シーリング材としての基本性能を損なうことなく、全体として重厚で特徴的美観を持つ建物外壁を形成することのできるシーリング材組成物を提供することが可能になった。

フロントページの続き

(51) Int.CI.7

C08K 7/22
C08L 101/10

識別記号

F I

C08K 7/22
C08L 101/10

テーマコード(参考)

(72) 発明者 小林 真人

茨城県新治郡千代田町上稻吉2044番地6号
オート化学工業株式会社技術研究所内

F ターム(参考) 4H017 AA04 AA31 AB15 AD05 AE03
4J002 BC032 BE001 BF001 BG041
BG051 CC032 CC162 CF001
CH051 DJ007 DJ017 DL007
EN028 EN038 EX019 EX079
EZ046 FA102 FA107 FD010
FD017 FD020 FD060 FD090
FD146 FD208 FD209 GJ02